

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-072672

(43)Date of publication of application : 17.03.1998

(51)Int.Cl.

C23C 16/44
C23F 4/00
H01L 21/02
H01L 21/205
H01L 21/285
H01L 21/306
H01L 21/304

(21)Application number : 09-179886

(71)Applicant : APPLIED MATERIALS INC

(22)Date of filing : 04.07.1997

(72)Inventor : DOONFUESUTO CHARLES
CHAU JUN
SHANN MEI
SHINHA ASHOTSUKU
CASTEL EGILL

(30)Priority

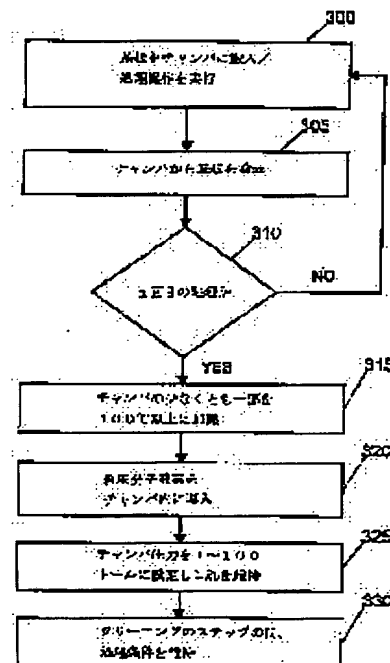
Priority number : 96 678490 Priority date : 09.07.1996 Priority country : US

(54) NON-PLASMA TYPE CHAMBER CLEANING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for cleaning a process chamber of CVD or other types of not using gaseous PFC and a device therefor.

SOLUTION: Molecular fluorine (F₂) diluted with an inert carrier gas is introduced into a treating chamber to clean the chamber. One of embodiments is executed to heat at least a part of the chamber at 400° C, to introduce the diluted gaseous F₂ into the chamber and to set the chamber pressure at 1 to 100Torr or a level above the range. At least a part of the chamber is heated to 400° C, by which the free fluorine having reactivity is formed from the dilute gaseous F₂ and thermal reaction is effected between the dilute gaseous F₂ and the deposits in the chamber. The deposits are removed by etching from the regions of the chamber or other regions where the undesired deposits are accumulated.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of
rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-72672

(43) 公開日 平成10年(1998) 3月17日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C	16/44		C 2 3 C 16/44	J
C 2 3 F	4/00		C 2 3 F 4/00	E
H 0 1 L	21/02		H 0 1 L 21/02	Z
	21/205		21/205	
	21/285		21/285	C
審査請求 未請求 請求項の数19 OL (全 13 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平9-179886

(22) 出願日 平成9年(1997) 7月4日

(31) 優先権主張番号 08/678490

(32) 優先日 1996年7月9日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 390040660

アプライド マテリアルズ インコーポレ
イテッドAPPLIED MATERIALS, I
NCORPORATEDアメリカ合衆国 カリフォルニア州
95054 サンタ クララ パウアーズ ア
ベニュー 3050

(72) 発明者 ドーンフェスト チャールズ

アメリカ合衆国, カリフォルニア州,
フリーモント, ホワイトキャップ ウェ
イ 39654

(74) 代理人 弁理士 長谷川 芳樹 (外4名)

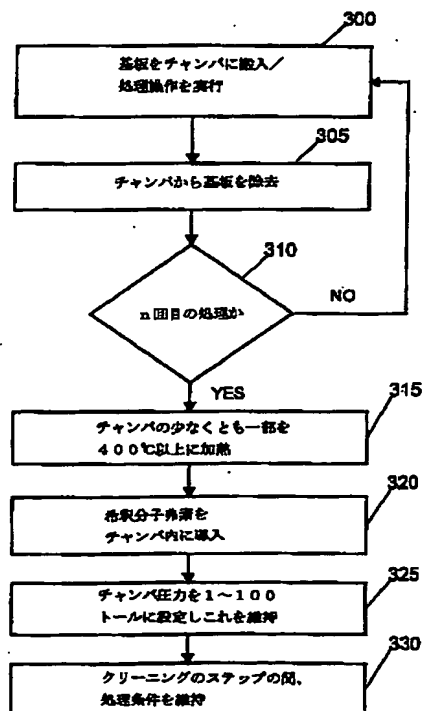
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非プラズマ式チャンバクリーニング法

(57) 【要約】

【課題】 PFCガスを用いないCVDその他のタイプのプロセスチャンバをクリーニングするための方法及び装置。

【解決手段】 不活性なキャリアガスで希釈した分子弗素 (F₂) を、処理チャンバ内に導入し、チャンバをクリーニングする。具体例の1つでは、本発明の方法は、チャンバの少なくとも一部を400℃以上の温度に加熱し、希釈F₂ガスをチャンバ内に導入し、チャンバ圧力を1~100トルまたはそれ以上のレベルに設定する。チャンバの少なくとも一部を400℃以上に加熱することにより、希釈F₂ガスから反応性を有するフリーな弗素を生成し、希釈F₂ガスとチャンバ内の堆積物の間に熱反応を生じさせて、チャンバその他の所望しない堆積物が蓄積している領域から堆積物をエッチングにより取り去る。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板処理操作で基板処理チャンバの内側に蓄積した粒子や残留物を除去する方法であって、

(a) 基板処理操作の終了後に、分子弗素(F₂)と不活性なガスとを備えるエッチャントガスを前記チャンバ内に導入するステップと、

(b) 前記チャンバの少なくとも一部を400℃以上の温度に加熱して、前記エッチャントガスを前記粒子及び前記残留物と反応させて、前記チャンバ内に蓄積した前記粒子及び前記残留物を低減するステップとを有する方法。

【請求項2】 前記エッチャントガスが、濃度約1～20%の分子弗素(F₂)を有する請求項1に記載の方法。

【請求項3】 前記エッチャントガスが、濃度約10%未満の分子弗素(F₂)を有する請求項2に記載の方法。

【請求項4】 前記不活性なガスが、窒素(N₂)と、アルゴン(Ar)と、ネオン(Ne)と、ヘリウム(H_e)とからなる群より選択される請求項2に記載の方法。

【請求項5】 前記粒子及び前記残留物が、化学気相堆積法により前記チャンバの内側に堆積物した請求項2に記載の方法。

【請求項6】 前記粒子及び前記残留物が、タングステン含有ガスの化学気相堆積反応により前記チャンバの内側に堆積物した請求項5に記載の方法。

【請求項7】 前記チャンバが、温度約400～650℃に加熱される請求項6に記載の方法。

【請求項8】 前記チャンバ内の圧力を、約1～100トールのレベルの圧力に設定しこれを維持するステップを更に有する請求項7に記載の方法。

【請求項9】 基板処理操作で基板処理チャンバの内側に蓄積した粒子や残留物を除去する方法であって、

(a) 基板処理操作の終了後に、分子弗素(F₂)と不活性なガスとを備えるエッチャントガスを前記チャンバ内に導入するステップと、

(b) 前記チャンバの少なくとも一部を400℃以上の温度に加熱するステップと、

(c) 前記エッチャントガスからプラズマを生成して、前記エッチャントガスを前記粒子及び前記残留物と反応させて、前記チャンバ内に蓄積した前記粒子及び前記残留物を低減するステップとを有し、前記プラズマを生成して前記チャンバから粒子をエッチングにより取り去るためのエネルギーが、パーフルオロ化合物ガス(PFCガス)をエッチャントに用いた場合に要するエネルギーよりも低い方法。

【請求項10】 処理チャンバ内で集積回路を製造するための方法であって、

(a) 前記チャンバ内にウエハを導入するステップと、

(b) 前記チャンバ内で前記ウエハに対して処理を行うステップであって、その際、該処理に伴う粒子物や残留物が所望しない領域に堆積する、前記ステップと、

(c) 前記ウエハを前記チャンバから取り出すステップと、

(d) 前記ウエハを前記チャンバから取り出した後、分子弗素(F₂)と不活性なガスとを含むエッチャントガスを前記チャンバ内に導入するステップと、

(e) 前記チャンバの中を、少なくとも1トールの圧力に設定しこれを維持するステップと、

(f) 前記チャンバの少なくとも一部を、少なくとも400℃に加熱し、粒子物や残留物を前記エッチャントガスと反応させて、前記チャンバの前記所望しない領域から粒子物や残留物をエッチングにより除去するステップとを有する方法。

【請求項11】 前記ステップ(b)が、化学気相堆積を行うステップを有する請求項10に記載の方法。

【請求項12】 前記化学気相堆積を行うステップが、

(i) タングステンと水素を備えるプロセスガスを前記チャンバ内に導入する工程と、

(i i) 前記チャンバを約400～500℃の温度に加熱する工程と、

(i i i) 前記チャンバを約10～100トールの圧力に維持する工程とを有する請求項11に記載の方法。

【請求項13】 前記プロセスガスが、六弗化タングステン(WF₆)を有する請求項12に記載の方法。

【請求項14】 前記プロセスガスが、シラン(SiH₄)と分子水素(H₂)との両方又はいずれかを有する請求項13に記載の方法。

【請求項15】 前記ステップ(e)が、前記チャンバ内部を約10～40トールの圧力を設定してこれを維持する工程を有し、前記ステップ(f)が、前記ウエハを約425～500℃の温度に加熱する工程を有する請求項10に記載の方法。

【請求項16】 基板処理システムであって、真空チャンバを成すハウジングと、

前記ハウジング内部に配置される、基板保持のための基板ホルダと、

前記真空チャンバ内にプロセスガスを導入するためのガスディストリビュータと、

延期ガスディストリビュータにつなぐ、内部で複数のガスを混合して前記プロセスガスを生成する、ガス混合チャンバと、

前記ガス混合チャンバにつなぐ、前記ガス混合チャンバ内へ複数のガスを導入するための、ガスディストリビューションシステムと、

前記基板を加熱するためのヒータと、

前記真空チャンバ内の圧力を制御するための真空システムと、

前記ガスディストリビュータと、前記ヒータと、前記真

空システムとを制御するためのコントローラと、前記基板処理システムの動作を指示するためのコンピュータ読み出し可能プログラムを有するコンピュータ読み出し可能媒体を備える、前記コントローラに結合したメモリであって、前記コンピュータ読み出し可能プログラムは、

前記ヒータと、前記真空システムと、前記ガスディストリビューションシステムとを制御して、前記プロセスガスを前記真空チャンバ内に導入し、また、チャンバ温度と圧力を選択した範囲内に維持して、前記真空チャンバ内に粒子や残留物を残留させる基板処理操作を遂行させる、第1の指示セットと、

前記ヒータを制御して、前記基板処理操作の終了後、第1の期間の間、前記チャンバの一部を少なくとも約400℃の温度に加熱する、第2の指示セットと、

前記ガスディストリビューションシステムを制御して、前記第1の期間の間、1～30%希釈分子弗素(F₂)を備えるエッチャントガスを前記ガス混合チャンバ内へ導入して、前記粒子及び残留物の一部を除去する、第3の指示のセットとを有する、前記メモリとを備える装置。

【請求項17】 前記第3の指示のセットが、前記ガスディストリビューションシステムを制御して、約10%未満の濃度の分子弗素(F₂)を有するエッチャントガスを導入させる請求項16に記載の装置。

【請求項18】 前記コンピュータ読み出し可能プログラムが更に、前記真空システムを制御して、前記第1の期間の間、前記真空チャンバを約1トールよりも高い圧力に設定しこれを維持する、第4の指示のセットを有する請求項16に記載の装置。

【請求項19】 前記第4の指示のセットが、前記真空システムを制御して、前記第1の期間の間、前記真空チャンバを約1～100トールの圧力に設定しこれを維持する請求項18に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、集積回路の製造方法に関する。更に具体的には、本発明は、基板処理中に生じる粒子や残留物の蓄積を取り除くための技術であり、方法と装置を含んでいる。本発明は特に、化学気相堆積法に適しているが、プラズマエッチングその他の基板処理技術にも適用可能である。

【0002】

【従来の技術】 現在の半導体デバイスの製造の基本的なステップとして、気体の化学反応により基板上に薄膜を形成するステップが挙げられる。この堆積プロセスは、化学気相堆積ないしCVDと呼ばれている。従来からの熱CVDプロセスでは、反応性ガスを基板表面に供給して、熱的に励起された化学反応を生じさせ、処理しよう

とする基板の表面上に薄膜層を形成させる。

【0003】 熱CVDの特徴的な用途の1つは、六弗化タングステン(tungsten hexafluoride)とシラン(silane)及び/又は水素その他のガスを含むプロセスガスから、タングステン(tungsten)や、タングステンシリサイド(tungsten silicide)等のタングステン含有化合物を、半導体基板上に堆積させる工程が挙げられる。このようなタングステンのプロセスは、メタル層の堆積工程にしばしば用いられ、あるいは、メタル層と、基板又は別のメタル層との間にメタルインターコネクト(メタル相互接続)を堆積させるプロセスの一部として用いられる。

【0004】 タングステン、タングステンシリサイドその他のCVDプロセス中に生じる問題の1つに、プロセスチャンバの壁等の領域に所望しない堆積物が生じることである。この所望しない堆積物は、除去しない限り、粒子汚染物の発生源となり、この粒子汚染物は、その後の処理ステップを妨害しウエハ収率に悪影響を与える。

【0005】 この問題を防止するため、チャンバの内面を定期的にクリーニングして、チャンバ壁や処理チャンバの同様の領域から所望しない堆積物を取り除く。この手順は、標準的なクリーニングの操作として行われ、ここでは、NF₃等のエッチングガスを用いて、チャンバ壁その他の領域から堆積物を除去(エッチング)する。このようなクリーニングの手順は、通常は、ウエハ一枚の堆積ステップ又はウエハn枚の堆積ステップ毎に行われる。

【0006】 通常のエッチングの技術には、プラズマCVD技術が含まれ、これは、基板表面に隣接する反応領域に高周波(RF: radio frequency)エネルギーを印加することにより、反応ガスの励起及び/又は分解を促進させる。このような技術では、高い反応性のプラズマ種が生成され、これが所望しない堆積物と反応してこれをチャンバ壁その他の領域からエッチングして取り去る。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 半導体産業でプラズマクリーニングプロセスにおけるエッチャントガスとして用いられる弗素ガスの多くは、パーフルオロ化合物(perfluorocompounds)、ないし、略して「PFC」である。通常用いられるPFCには、CF₄、C₂F₆、NF₃、SF₆やその他のガスが含まれる。このようなガスは、寿命が長い(例えば、CF₄は5万年以上)であることが知られており、また、地球温暖化への寄与が高いと考えられている。従って、PFCを大気中に放出することはダメージを与えることであり、政府その他の規制の対象となっている。従って、CVDリアクタ等の半導体処理装置からのPFCの放出を低減することは重要である。

【0008】 クリーニング操作でエッチャントガスとして採用されてきた非PFCガスの例には、分子弗素(F

2) 及び三弗化塩素 (CF_3) が挙げられる。例えば、ホットウォール CVD リアクタを $100 \sim 400^\circ\text{C}$ に加熱して熱クリーニング反応を行う場合、用いる可能性のあるクリーニングガスとして、20%に希釈した F_2 が挙げられる。 F_2 は、揮発性の高い気体である。しかし、このような高い濃度のレベルで F_2 を用いる場合は、適正な安全性のレベルを維持するために、二重包含ガス供給ライン等の特別な装置を用いる必要がある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、PFCガスをを用いない CVD その他のタイプのプロセスチャンバをクリーニングするための方法を提供するものである。本発明の方法では、不活性なキャリアガスで希釈した分子弗素 (F_2) を、処理チャンバ内に導入し、チャンバをクリーニングする。

【0010】具体例の1つでは、本発明の方法は、チャンバの少なくとも一部を 400°C 以上の温度に加熱し、希釈 F_2 ガスをチャンバ内に導入し、チャンバ圧力を $1 \sim 100$ トール又はそれ以上のレベルに設定する。チャンバの少なくとも一部を 400°C 以上に加熱することにより、希釈 F_2 ガスから反応性を有するフリーな弗素を生成し、希釈 F_2 ガスとチャンバ内の堆積物の間に熱反応を生じさせて、チャンバその他の所望しない堆積物が蓄積している領域から堆積物をエッチングにより取り去る。この具体例の好ましい態様では、希釈 F_2 ガスを F_2 約 10% 以下の濃度レベルで導入し、チャンバ内への F_2 ガスの導入には標準的なガスラインを用いる。

【0011】本発明の方法の他の具体例では、チャンバの少なくとも一部が約 $400 \sim 650^\circ\text{C}$ の温度に加熱され、少なくとも約 $1 \sim 100$ トールの圧力が与えられる。次いで、チャンバ内に導入した希釈 F_2 ガスからプラズマを生成し、チャンバ内の所望しない領域に堆積した物質をエッチングにより取り去る。希釈 F_2 ガスからのプラズマにおいて反応性を有するフリーな弗素を生成させるために必要なエネルギーは、 NF_3 等の PFC ガスからのプラズマにおいて反応性フリー弗素を生成させるために必要なエネルギーよりも小さい。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の具体例を、添付の図面を参照して以下に説明する。

【0013】(1. 模範的な CVD リアクタ) 図 1 及び図 2 は、平行板式コールドウォール化学気相堆積リアクタ 10 を例示し、これは真空チャンバ 12 を有しており、このチャンバの中で本発明に従って層を堆積させることができる。リアクタ 10 は、抵抗加熱サセプタ 18 上に載置されたウエハ 16 に堆積物ガスを散布するためのガス散布マニホールド 14 を有している。

【0014】チャンバ 12 は、多数の処理チャンバ (マルチチャンバ) を有する真空処理システムの一部であってもよく、これらのチャンバは中央の移送チャンバに接

続し、ロボットにより操作される。基板 16 は、チャンバ側部のスリットバルブ (図示せず) を介してロボットブレードによりチャンバ 12 内に運び込まれる。サセプタ 18 は、モータ 20 により垂直方向に移動可能である。サセプタ 18 がスリットバルブと反対側の第 1 のポジション 17 にあるときは、基板 16 は、チャンバ内に運ばれている。ポジション 17 では、基板 16 は最初はサセプタ 18 を突き抜けこれと結合している 1 組のピン 22 により支持されている。ピン 22 は単一のモータ組立体により駆動される。

【0015】点線で指示されるようにガス散布マニホールド 14 の反対側の処理のポジション 32 にサセプタが運ばれたとき、ピン 22 はサセプタ 18 の中に沈み込み、基板 16 はサセプタ上に配置される。一旦サセプタ 18 上に配置されれば、基板 16 は真空クランピングシステム (図 2 にはグループ 50 として部分的に図示) によってサセプタに固定される。

【0016】処理のポジション 32 の方へ移動するとき、基板 16 はパージガイド 54 に接触し、固定されている基板に対してパージガイド 54 の中心を合わせる。パージガイドの中心合わせが行われれば、基板 16 に接触しなくなり、基板との間にパージガスの通り道として固定された $5 \sim 10 \text{ mil}$ ($1000 \text{ mil} = 1 \text{ インチ} \approx 25.4 \text{ mm}$) のギャップが維持される。サセプタ 18 の側壁 51 のバンパーピン 52 により、パージガイド 54 とサセプタ 18 の間の接触を最小にすることが促進され、通過の際にさせ 18 とパージガイド 54 が相互に接触して粒子が発生することが低減される。

【0017】パージガイド 54 は、サセプタ 18 が処理のポジション 32 にあるときにはサセプタ 18 の頂部に配置される。堆積ガス及びキャリアガスが、バルブ 17 の調節量に応じて、ガスライン 19 を介してマニホールド 14 に供給される。処理中は、マニホールド 14 に供給されるガスは基板表面の端から端までに均一に散布される。使用済みの処理ガス及び副生成物ガスは、排気システムによりチャンバから排出される。排気システム 36 を介して排気ラインへと放出されるガスの流量は、絞り弁 (図示せず) により調節される。堆積操作中は、パージガス供給ライン 38 がウエハ 16 のエッジに対してパージガスを供給する。パージガイドは、酸化アルミニウムや窒化アルミニウム等のセラミック製である。

【0018】処理中にパージガイド 54 が置かれるサセプタのエッジは複数の微細な (例えば間隔 $5 \sim 10 \text{ mil}$) のグループ 56 を有し、パージガイド 54 とサセプタの間の「くっつき」を防止する。このくっつきが粒子を発生させるが、これが生じるのは、アルミニウム等のメタル (サセプタ) とセラミック (パージガイド) の部分の間の膨張率が異なるからである。処理温度では、室温の場合に比べて、アルミニウムはセラミックの約 3 倍膨張する。従って、基板処理が完了してサセプタが下げ

らてパージガイド54とサセプタ18が分離されるときに、グループ56によって粒子発生が防止される。第2のパージライン(図1の符号24)は、処理中にチャンバ内に導入される腐食性ガスによるダメージからステンレスベローズ26を保護する。チャンバのプラズマ励起CVD(PECVD: plasma enhanced chemical vapor deposition)のクリーニングを与えるため、RF電源48がマニホールド14につながれる。

【0019】絞り弁、ガス供給バルブ17、モータ20、サセプタ18に結合した抵抗ヒータ、RF電源48及びその他のCVDシステム10の特徴は、制御ライン44(一部のみ図示)を介してプロセッサ42により制御される。プロセッサ42はメモリ46等のコンピュータ読み出し可能な媒体に保存されているコンピュータプログラムの制御の下で動作する。このコンピュータプログラムは、特定のプロセスの温度、チャンバ圧力、タイミング、ガスの混合、RF電力レベル、サセプタのポジションやその他のパラメータを命令する。

【0020】このようなCVD装置は、米国特許出願S. N. 08/042, 961号、標題“Improved Chemical Vapor Deposition Chamber”(「改良された化学気相堆積チャンバ」)に記載されている。上記のCVDシステムの説明は、主に例示目的であり、本発明の範囲を制限するものと考えるべきではない。上述のシステムの変形、例えばブラーテンないしさせの設計、ヒータの設計、RF電力の接続の配置その他の変形が可能である。更に、誘導結合プラズマCVD装置、電子サイクロトロン共鳴(ECR: Electron Cyclotron resonance)プラズマCVD装置、エッチング装置、その他の装置を用いてもよい。本発明の所望しない堆積物を除去するための方法は、特定の処理装置に制限されない。

【0021】(2. 模範的な化学気相堆積プロセス) 本発明の方法は、模範的なCVDリアクタ10又はその他のリアクタの内面のクリーニングに用いることができる。基板上にタングステン膜を堆積させるためのプロセスを以下に例示するが、これは、堆積プロセス後にチャンバ12内に所望しない堆積物を残留させるCVD操作の例としてであり、また、その終了後に本発明の方法を用いてチャンバ壁から所望しない堆積物を除去することができる例としてである。本発明の方法は所望しないタングステン及び/又はタングステンシリサイド残留物を除去するに特に有用であるが、以下の例示は模範的な目的のためのものであり、本発明の方法は模範的なプロセスから堆積物をクリーニングないし除去する事に限定されないものと解すべきである。

【0022】この模範プロセスにおいては、処理チャンバ12内に配置されたウエハ上にタングステン膜が堆積する。この堆積のシーケンスは、主に2つのステップを含んでいる: 核生成のステップと、バルク堆積のステップである。核生成のステップでは、タングステンの薄い

層を成長させ、これがその後の膜のための成長際サイトとして作用する。核生成のステップでは、六弗化タングステン(WF₆)、シラン(SiH₄)、窒素(N₂)、水素(H₂)及びアルゴン(Ar)を含むプロセスガスがチャンバに導入され、チャンバは、次の堆積のための初期タングステン種層を堆積させるために選択されたレベルまで加熱され圧力が与えられる。

【0023】核生成のステップ後、バルク堆積のステップを行い、残りのタングステン膜を堆積させる。このバルク堆積のステップでは、WF₆、N₂、H₂及びArを含むプロセスガスがチャンバに導入される。このプロセスガスは、核生成のステップのためのプロセスガスよりも高いパーセンテージでWF₆を有している。模範的なチャンバの項で述べたサセプタの場合と同様にウエハのエッジ及び背面への堆積を防止するため、核生成ステップとバルク堆積ステップの双方でエッジパージガスを用いてもよい。しかし、このパージガスはチャンバ内の全ての望まない領域への堆積を防止するわけではなく、従ってドライクリーニングのステップの必要性を省略させるものではない。

【0024】好ましいプロセスの1つでは、核生成プロセスの間は、チャンバ内に、WF₆を流量20 sccmで導入し、SiH₄を流量10 sccmで導入し、N₂を流量300 sccmで導入し、H₂を流量1000 sccmで導入し、Arを2800 sccmで導入する。ウエハを450°Cに加熱し、圧力を80トルに維持する。次いで、バルク堆積プロセスの間は、チャンバ内に、WF₆を流量300 sccmで導入し、N₂を流量300 sccmで導入し、H₂を流量700 sccmで導入し、Arを1000 sccmで導入する。

【0025】この好ましいプロセスでは、エッジパージガスは、核生成のステップの間は流量200 sccmのArのみを導入し、バルク堆積のステップでは、Arを流量1800 sccm、H₂を流量330 sccmで導入する。パージガスに水素を添加するのは、基板のエッジでの堆積を促進するためである。

【0026】(3. チャンバクリーニング) 本発明は、上述の模範的なタングステンプロセス等の堆積シーケンスを行っている間、チャンバ12内に蓄積する所望しない堆積物を除去するために用いることができる。本発明の方法では、分子弗素(F₂)を不活性なキャリアガスで希釈し、堆積その他の基板処理ステップの終了後のドライクリーニングのステップとして、チャンバ12内に導入する。考えられるキャリアガスとしては、N₂、Ar、ネオン(Ne)又はヘリウム(He)その他のガスが含まれる。F₂の濃度は、キャリアガスの濃度の約1~20%に希釈される。好ましくは、F₂の濃度は、キャリアガスの濃度の約5~10%に希釈される。このような低い濃度レベルでは、希釈F₂ガスはシングルウォール316ステンレス鋼のラインを介して導入すること

ができ、安全性に合致させることができる。濃度のレベルが高い場合は、2重ステンレス鋼のラインやハステロイ(Hastelloy)のラインを用いる等の特別の配慮を行って、安全性の標準に合致させる必要がある。

【0027】本発明の技術は、同じチャンバ内で堆積処理やウエハ処理の操作を1つのウエハに行う毎に用いてチャンバクリーニングを行ってもよく、あるいは、 n 枚のウエハを処理する毎に本発明の技術を用いてもよい。図3は、本発明の方法の1つの具体例におけるウエハの一連の操作の簡略化したフローチャートである。この一連の操作を開始するには、基板をチャンバ内に搬入し、上述の模範的なプロセスに従って処理し、あるいはその他の処理の操作によって処理を行う(ステップ300)。基板処理の操作が終了後、基板をチャンバから取り出し(ステップ305)、ドライクリーニングを行うか否かをコントローラ42で決定する(ステップ310)。代表的には、 n は1~25である。上述の模範的なタングステンプロセスのように、粒子の蓄積のおそれが高い処理操作では、 n は1であることが好ましい。

【0028】クリーニングのステップでは、チャンバの少なくとも一部が400℃以上の温度に加熱され(ステップ315)、チャンバ内に希釈分子弗素を導入する(ステップ320)。チャンバ内の圧力は、約1~100トール以上のレベルに設定されこれが維持される(ステップ325)。クリーニングのステップで堆積物をエッチングして取り去る速度には、温度と圧力の両方が影響する。温度と圧力の一方又はそれら両方が上昇すれば、一般には、エッチレイト(エッチング速度)を上昇させる。実際には速度上昇は堆積物に依存する。

【0029】クリーニング操作を行うためにチャンバ全体を均一に加熱する必要がないことは、注記すべきである。実際、チャンバの均一な加熱は、リアクタ10のようなコールドウォールリアクタで生じることではない。その代わりに、チャンバの一部を400℃以上の温度に加熱し、チャンバのその他の部分は十分に低い温度に維持する。このようなケースでは、チャンバの高温の部分(例えば、抵抗加熱ブラーテン等)では、 F_2 がチャンバ内に導入されこの高温部分内又はその近傍の領域に流入したときに、 F_2 を活性化させることが可能である。この活性化した F_2 は、反応性を有するフリーな弗素原子を多数有している。この高温の領域の近傍又は反応性フリー弗素のソースの近傍では、エッチレイトが上昇するが、堆積物が活性化 F_2 分子と接触するようになれば、この領域から下流でもエッチング作用が生じる。このような状況では、この高温の領域は、主反応領域ないし反応活性領域と呼ばれる。

【0030】また、 F_2 の流れをチャンバに進入する前にコイルに接触させるような配置を与えた専用のヒートアクティベータ、例えば誘導コイル等を有することもできる。このヒートアクティベータにより、400℃以上

に加熱して熱活性化領域を形成する。そして、活性化された F_2 分子は、チャンバ壁やその他のアクティベータの下流で低い温度にある領域から、物質をエッチングにより取り去る。このような構成においては、コイル(又はその他のヒートアクティベータ)は、腐食性の F_2 ガスに耐性を有するように設計すべきである。

【0031】所望しないタングステンやタングステンシリサイドの堆積物のクリーニングにおいては、チャンバ圧力約10~80トール、チャンバ温度が425~550℃(主反応領域における)であれば、アブライドマテリアルズ社製のランプ加熱MCDチャンバの好ましい条件及び十分なエッチレイトを与えられる。これよりも高い温度及び高い圧力を用いることもでき、特定の状況ではこれが望ましいことがある。例えば、ポリシリコン材料堆積物のクリーニングにおいては、700℃程度あるいはそれ以上の温度をもちいることもでき、何故なら、ポリシリコンを堆積させる温度は高いからである。別の例としては、所望しないシリコンやシリコン化合物、シリコン窒化物の堆積物のクリーニングにおいては、700~850℃程度の温度を用いてもよい。

【0032】圧力を80トールよりも高くしても、その利点は、タングステンプロセスやタングステンシリサイドプロセスで堆積する堆積物をエッチングする際の利点(例えば、エッチレイトが上昇する)に止まる。また、リアクタを大気圧又は準大気圧の処理条件に適應されるように設計した場合、圧力を700~760トール程度に挙げれば、タングステンやタングステンシリサイド等のあるプロセス化学系に対して、なおエッチレイトが増加するという形態で利点となることがある。

【0033】クリーニングステップの操作時間は、チャンバ内に蓄積した残留物及び粒子の量に依存する。好ましくは、チャンバ内から実質的に全ての粒子物及び残留物を除去できるように、クリーニングのステップを選択する(ステップ330)。 F_2 を導入する流量は、ガスのコストとエッチング時間とのバランスを考慮して決定する。一般には、この流量は、 F_2 で約25~1000 sccmである。この25~1000 sccmの導入流量では、5%希釈ではチャンバへの全ガス流量は125~5000 sccmである。 F_2 と不活性ガスの両方の実際の流量は、チャンバ容積により変化する。

【0034】 F_2 導入流量が高いということは、コストが高くつくということであり、あるいは、単位時間当たりのエッチレイトが高いということである。しかし、図4に示されるように、導入流量が高くなれば、 F_2 を導入する流量がエッチレイトを上昇させなくなる飽和点に至る。また、図4のカーブの傾きで例示される如く、 F_2 の導入流量を飽和点の近傍まで増加させれば、エッチレイトの増加のディミニッシングリターン(収穫逨減)がある。このカーブの傾きは、ガスのコストに対するエッチレイトの効率を表している。実際の流量は、コスト因

子とエッチレイト因子をバランスさせるように選択すべきである。

【0035】前述の如く、本発明の方法は、上記の模範的なタングステンプロセスによりチャンバ内に堆積した物質を除去することに限定されない。そうではなく、本発明は、六塩化タングステン等の別の前駆体ガスを用いるタングステンCVDプロセスから物質をクリーニングする操作にも、等しく適用させることができる。また、本発明のF₂化学は、タングステンシリサイド、窒化チタン、窒化珪素、ドーパポリシリコン、ノンドーパポリシリコン、ドーパポリシリコン酸化物、ノンドーパポリシリコン酸化物やその他の化合物の堆積物工程において、物質のクリーニングに適用することもできる。

【0036】本発明の方法の具体例によっては、希釈F₂は、チャンバの適切なクリーニングにプラズマ生成が必要ないような熱的条件においても、十分な反応性を有している。このような具体例には、タングステンやタングステンシリサイドの応用例で蓄積した堆積物が挙げられるが、これに限定されるものではない。従って、タングステン、タングステンシリサイド、その他メタルやその他のこれら具体例に従った熱CVD膜の堆積のために設計された装置は、プラズマ生成に必要な、RFジェネレータ、RF整合回路やその他のハードウェアを要しない。これにより、リアクタ10やその他のパーツについて著しくコストの節約が可能となる。

【0037】別の具体例では、チャンバをもっとクリーニングするため、RFやマイクロ波を印加してプラズマを生成する。このプラズマにおいて反応性フリー弗素の生成に要するエネルギーは、NF₃等のPFCガスから反応性フリー弗素を生成するエネルギーに比べて著しく低減する。これらの具体例では、依然としてRFジェネレータやその他の関連のハードウェアが必要であるが、希釈F₂クリーニングガスを用いることにより、チャンバクリーニングの操作においてRF電力を低くすることができる。用いるRF電力が低いことは、PFCガスも用いたとすれば必要になるエネルギーよりも小さなエネルギーで済むということであり、従って、操作コストを下げることができ、また、チャンバの摩耗の速度が小さくなるということである。また、これにより、必要な電力レベルを発生させることができるRFジェネレータが小さくなり、スペースとコストを省略することができる。このように、低い電力のプラズマを用いることにより、エッチングしようとする材料や用いる電力レベルその他の因子にもよるが、反応速度を2倍以上に上昇させることができる。また、必要なプラズマの生成には遠隔からのマイクロ波を用いることも可能である。

【0038】希釈した分子弗素のクリーニングガスを用いることにより、他の弗素ソースに対して上述の利点に加えて更なる利点を与える。1つは、F₂は、臭気が強く、NF₃に比べて10倍低い濃度で臭気を感じること

ができる点である。従って、ガス供給ラインからF₂の漏出があれば、他のガスの漏出よりも早期に発見する可能性が高い（そして、早期に停止させることができる）。また、米国においてのことであるが、希釈F₂は既にディストリビューションネットワークが米国じゅうに広がっており、この用途以外の数多くの用途に用いるために日常的に流通している。

【0039】

【実施例】

（5. 試験結果及び測定）本発明に従った装置及び方法の操作を例証するため、温度に対するタングステンシリサイドのエッチレイトの測定を行った。実験は、アプライドマテリアルズ社製の200mmウエハ用のランプ加熱MCVDチャンバにて行われた。チャンバの容量は、5リットルであった。

【0040】これら実験の中の第1の組の実験では、タングステンシリサイドの層を有する基板をチャンバ内に配置させ、N₂希釈の5%F₂を単一のガスラインからチャンバ内に導入した。チャンバ内の圧力を40トールに設定し、これを維持した。エッチレイトの決定は、F₂ガスへの曝露の前後のタングステンシリサイド層の厚さを測定することにより行った。厚さの測定は、当業者に理解されるように、プロフィルモメータ (profilometer) 及び4点プローブにより行った。これら実験の結果を図5に示し、これは、堆積したタングステンシリサイドのエッチレイトの対数（単位はオングストローム）を、温度（単位はK（ケルビン））の関数として表したグラフである。温度は、サセプタ上で測定した。ウエハ温度は、5サセプタ温度が550℃のとき、これよりも25～50℃低かった。

【0041】図5から明らかなように、550℃では、タングステンシリサイドのエッチレイトは、5%希釈F₂においては20000オングストローム/分であった。250℃では、エッチレイトは8820オングストローム/分、158℃では、エッチレイトは5500℃/分、70℃ではエッチレイトは1470オングストローム/分、50℃では490オングストローム/分であった。このように、これらの実験の結果は、高温ではエッチレイトが著しく高くなることを示している。しかし、これらの実験では、50℃のように低い温度においても、タングステンシリサイドのエッチングが行われることを示している。

【0042】低い温度においてもエッチングが行われることがわかったことは重要である。タングステンシリサイドのCVD堆積等、熱反応を行う処理チャンバによっては、処理しようとする基板の表面の近傍の反応領域を約550℃のような比較的高温に加熱するものもある。このような加熱は、例えば、抵抗加熱ブラーテンによって行ってもよい。チャンバのその他の領域例えば外側チャンバ壁は、もっと低温（例えば約50℃）に保たれ

る。このようなシステムにおいては、所望しない堆積は、高温の領域あるいはその周囲に発生するが、堆積は、低温の場所には生じない。このようなシステムにおいてクリーニングステップ中は、堆積工程に用いると同じ方法によりチャンバを加熱することができる。即ち、高温の領域がプラテン表面の周りにでき、その他のチャンバの領域には低温の領域が存在することもある。F₂混合ガスは50℃以下の温度でもタングステンシリサイドをエッチングするため、このような低温の領域に蓄積した堆積物は、本発明のF₂チャンバクリーニング操作中に適切に除去することができる。

【0043】別の実験の組では、タングステンシリサイドの層を有する基板をチャンバ内に配置させ、N₂希釈の20%F₂をチャンバ内に導入した。これらの実験では、測定を行って、タングステンシリサイド膜のエッチレイトを、温度、圧力及び全ガス流量の関数として決定した。各実験の結果を示すグラフが、図6～8に示される。

【0044】図6は、タングステンシリサイドのエッチレイトにおける温度の影響を示すグラフである。実験中は、20%F₂混合ガスを流量2slmで導入し、チャンバ圧力を5トールに維持し、基板温度を変化させた。この図からわかるように、温度500℃までは、温度が上昇すればエッチレイトも上昇する。

【0045】図7は、タングステンシリサイドのエッチレイトにおける圧力の影響を示すグラフである。実験中は、20%F₂混合ガスを測定に応じて流量1slm及び2slmで導入し、基板温度を550℃に維持し、チャンバ圧力を変化させた。この図からわかるように、圧力を1トールから20トールまで上昇させれば、エッチレイトが増加する。圧力が高いレベルの場合（約15～20トール）のエッチレイトが増加する率は、圧力が低い場合よりも低い。

【0046】図8は、タングステンシリサイドのエッチレイトにおけるガス流量の影響を示すグラフである。実験中は、チャンバは測定に応じて、1、3、5、10又は20トールに維持され、基板温度は550℃で一定とし、20%F₂混合ガスを流量1slm又は2slmで導入した。この図からわかるように、ガス流量が増加すればタングステンシリサイドのエッチレイトも上昇す

る。更に顕著なのは、チャンバ圧力が5トール以上の場合にエッチレイトが増加することが示されていることである。

【0047】ここまで、数種の具体例により本発明の説明を行ってきたが、本発明に従って処理チャンバのクリーニングを行う他の等価な又は代替的な方法は、当業者には明らかであろう。これらの等価又は代替的な方法は、本発明の範囲に含まれるものである。

【0048】

【発明の効果】以上詳細に説明したように、本発明によれば、PFCガスをを用いないCVDその他のタイプのプロセスチャンバをクリーニングするための方法が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に従った簡易な化学気相堆積装置の一具体例の縦断面図である。

【図2】図1のチャンバで用いる、チャンバ内で処理しようとする基板を固定するための抵抗加熱セプタの一具体例の断面図である。

【図3】本発明の方法の一具体例におけるウエハ処理のフローチャートである。

【図4】F₂の導入速度の増加が堆積物のエッチレイトに与える影響を示すグラフである。

【図5】N₂キャリアガスでF₂を5%に希釈した混合ガスに曝露した際のタングステンシリサイドのエッチレイトを温度の関数で表すグラフである。

【図6】N₂キャリアガスでF₂を20%に希釈した混合ガスに曝露した際のタングステンシリサイドのエッチレイトを温度の関数で表すグラフである。

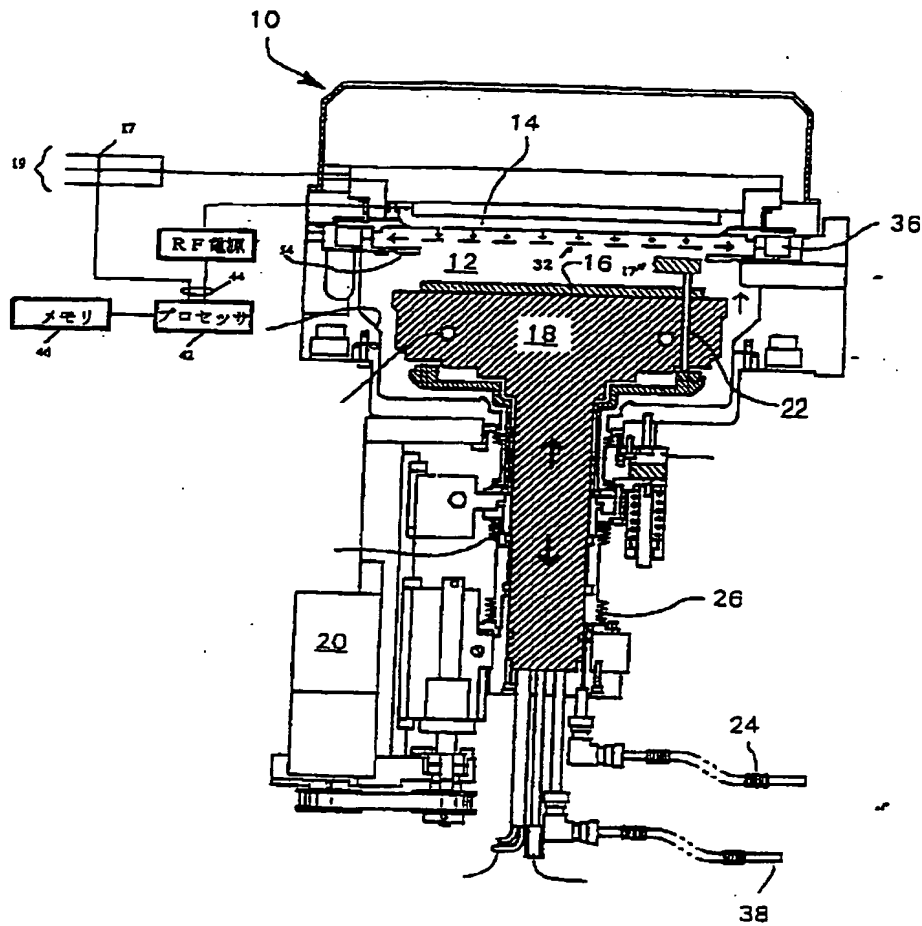
【図7】N₂キャリアガスでF₂を20%に希釈した混合ガスに曝露した際のタングステンシリサイドのエッチレイトを圧力の関数で表すグラフである。

【図8】N₂キャリアガスでF₂を20%に希釈した混合ガスに曝露した際のタングステンシリサイドのエッチレイトをガス流量の関数で表すグラフである。

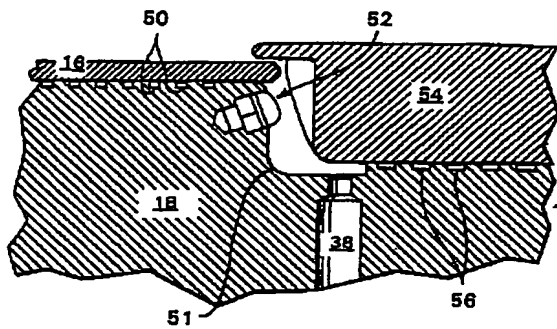
【符号の説明】

10…リアクタ、12…真空チャンバ、14…ガス散布マニホールド、16…ウエハ、18…サセプタ、20…モータ、22…ピン、32…処理のポジション、54…ページガイド。

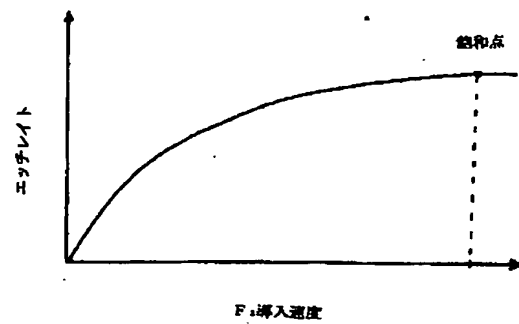
【図 1】



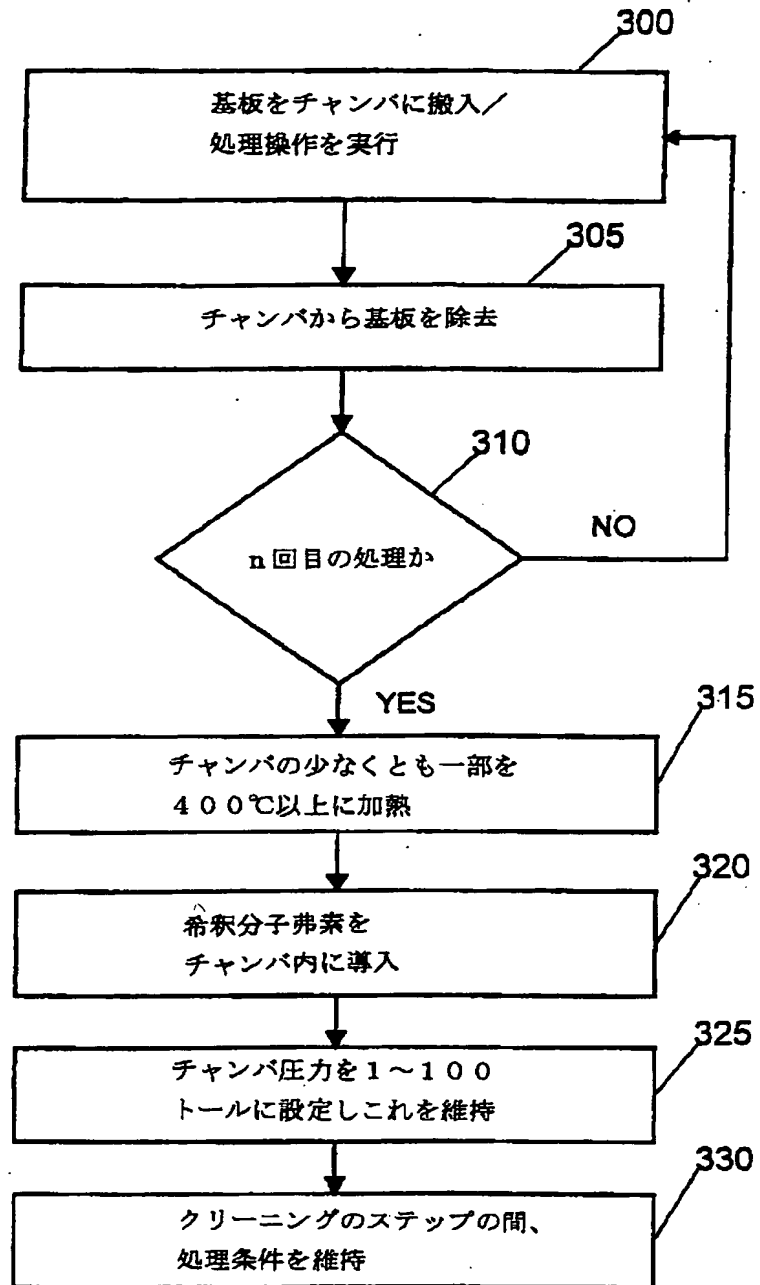
【図 2】



【図 4】

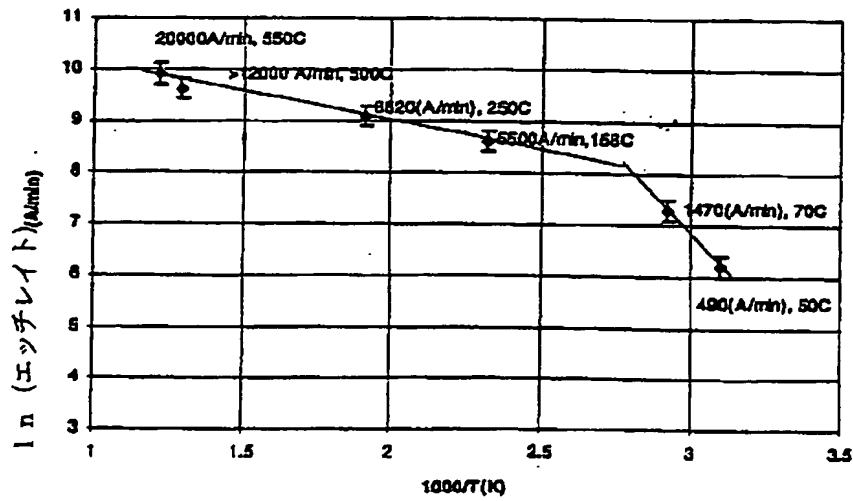


【図3】



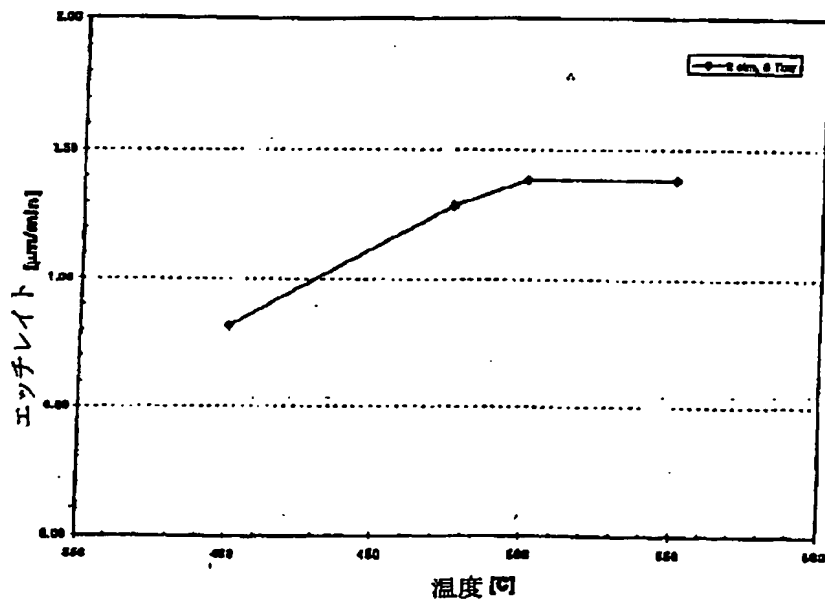
【図5】

F2熱エッチングWSiXウエハ

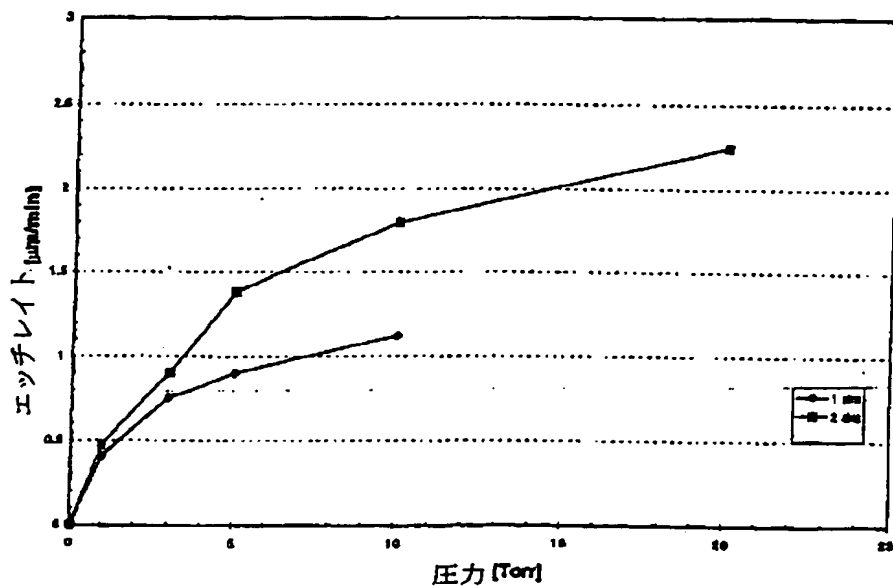


【図6】

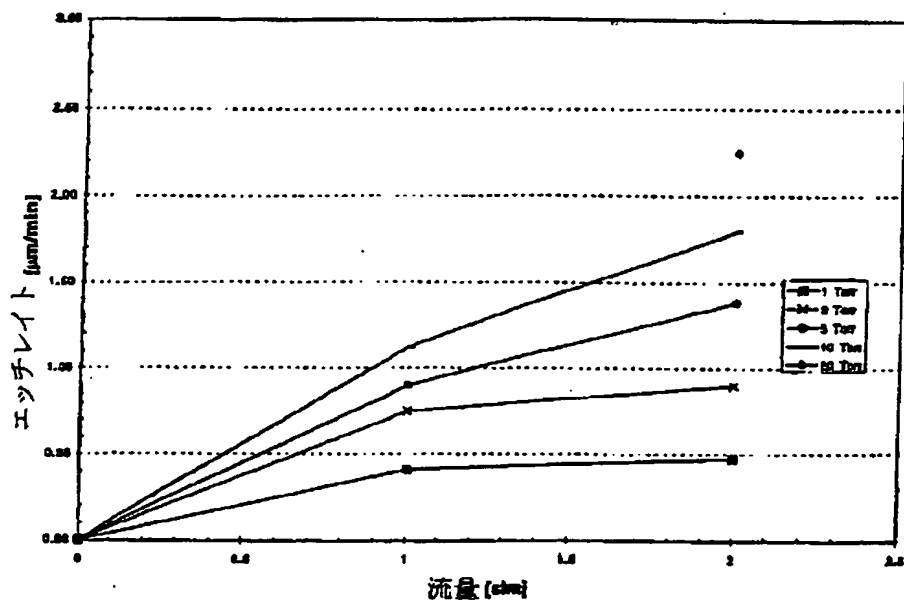
20% F2/N2: エッチレイト v.s. 温度



【図7】

20% F₂/N₂: エッチレート v.s. 圧力

【図8】

20% F₂/N₂: エッチレート v.s. 流量

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H O 1 L 21/306			H O 1 L 21/304	3 4 1 Z
21/304	3 4 1		21/302	P
(72) 発明者 チャウ ジュン アメリカ合衆国, カリフォルニア州, クバティノ, リッジ クリーク コート 11764			(72) 発明者 シンハ アショック アメリカ合衆国, カリフォルニア州, パロ アルト, ハバート ドライヴ 4176	
(72) 発明者 シャン メイ アメリカ合衆国, カリフォルニア州, サラトガ, コート デ アーグエロ 12881			(72) 発明者 カステル エギール アメリカ合衆国, カリフォルニア州, サニーヴェイル, イエイツ コート 843	